

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-217500

(43)Date of publication of application : 27.08.1996

(51)Int.Cl. C03C 27/12
B32B 17/10
B32B 27/18
// B60J 1/00
E06B 5/00

(21)Application number : 07-025718

(71)Applicant : SUMITOMO OSAKA CEMENT CO
LTD

(22)Date of filing : 14.02.1995

(72)Inventor : SAITO MITSUMASA
OSADA KAZUHIKO

(54) SAFETY GLASS

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain safety glass effectively shielding heat ray without dropping a visible light transmittance, producible without changing the conventional production process of safety glass, by laying a non-rigid resin layer containing a heat ray shielding metal oxide between a pair of glass plates.

CONSTITUTION: In safety glass comprising a pair of glass plates and a non-rigid resin layer laid between a pair of glass plates, a heat ray shielding metal oxide is added to the non-rigid resin layer. SnO₂ or In₂O₃ having $\geq 0.1\mu\text{m}$ particle diameter is especially suitable as the heat ray shielding metal. The reason why the particle diameter is $0.1\mu\text{m}$ is that the scattering and absorption of visible light are enlarged and transparency can not be obtained when the particle diameter exceed $0.1\mu\text{m}$. It is known that the light scattering by particles is maximized when the particle diameter is a size of 1/2 wavelength and is proportional to the sixth power of particle diameter in the region smaller than it.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.05.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 04.07.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-217500

(43) 公開日 平成8年(1996)8月27日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 C 27/12			C 0 3 C 27/12	L
B 3 2 B 17/10			B 3 2 B 17/10	
	27/18			Z
// B 6 0 J 1/00			B 6 0 J 1/00	H
E 0 6 B 5/00			E 0 6 B 5/00	B
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-25718

(22) 出願日 平成7年(1995)2月14日

(71) 出願人 000183266

住友大阪セメント株式会社
東京都千代田区神田美土代町1番地

(72) 発明者 斉藤 光正

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ
メント株式会社新材料事業部

(72) 発明者 長田 和彦

千葉県船橋市豊富町585番地 住友大阪セ
メント株式会社新材料事業部

(74) 代理人 弁理士 土橋 皓

(54) 【発明の名称】 合わせガラス

(57) 【要約】

【目的】 熱線遮蔽性機能をもった合わせガラスに関し、従来の合わせガラスの製造工程を何ら変更することなく作ることができ、可視光透過率を低下させず熱線を効果的に遮蔽することができるようにすることを目的とする。

【構成】 一対のガラスと該ガラスの間に設けた軟質樹脂層とからなる合わせガラスにおいて、該軟質樹脂層は熱線遮蔽性金属酸化物を含有しているように構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一對のガラスと該ガラスの間に設けた軟質樹脂層とからなる合わせガラスにおいて、該軟質樹脂層は熱線遮蔽性金属酸化物を含有していることを特徴とする合わせガラス。

【請求項 2】 前記熱線遮蔽性金属酸化物が、粒径 0.1 μm 以下の酸化スズまたは酸化インジウムのいずれかであることを特徴とする請求項 1 記載の合わせガラス。

【請求項 3】 前記熱線遮蔽性金属酸化物の配合比として、0.4 g/m^2 以上となるように配合することを特徴とする請求項 1 または 2 記載の合わせガラス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、熱線遮蔽性機能をもった合わせガラスに関し、更に詳しくは、軟質樹脂層が熱線遮蔽性金属酸化物を含有している合わせガラスに関する。

【0002】

【従来の技術】 一對のガラス板を軟質樹脂層で接着し、破損した際の破片の飛散を防止した合わせガラスが自動車、鉄道、航空機等の乗り物窓ガラスや建築用窓ガラス、防犯ガラス等に用いられている。合わせガラスに熱線遮蔽性能を付与する方法として、熱線反射ガラスを用いる方法、軟質樹脂層に有機染料を混入して着色フィルムとする方法、軟質樹脂層に熱線反射フィルムを用いる方法等が従来より行われている。

【0003】 上記従来技術のうち、熱線反射ガラスによる方法としては、例えば、特開平 6-144891 号公報には、真空蒸着法、スパッタリング法等により酸化タングステンおよび銀薄膜を積層したガラスを用いている。また、有機染料の着色による方法は、ポリビニルブチラル等の樹脂に有機染料を練り込み、グリーン、ブルー、ブラウン等に着色することにより、可視光線の一部を吸収させ太陽光の熱エネルギーを低減している。

【0004】 さらにまた、熱線反射フィルムによる方法は、例えば、特開昭 56-3252 号公報、特開昭 63-134332 号公報には、ポリエステル等のプラスチックフィルムに真空蒸着法、スパッタリング法等により、銀および酸化物薄膜を積層し、ポリビニルブチラルで挟着し、ガラスと張り合わせている。そして、特開昭 60-127152 号公報、特開平 6-191906 号公報では、熱線反射層またはフィルムと、近赤外線吸収剤のコーティング層またはフィルムとを積層し、遮蔽性能を向上させている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 従来における合わせガラスに熱線遮蔽性能を付与する方法では、例えば、熱線反射ガラスを用いる方法では、真空蒸着法やスパッタリング法を用いるため、生産性に劣り、コスト高となるという問題点があり、軟質樹脂層に有機染料を混入して着

色フィルムとする方法では、可視光透過率が低下し、着色を目的としない用途においてははなはだ不都合となり、有機染料は耐光性が悪く、長期間の使用に堪えないという問題点があり、軟質樹脂層に熱線反射フィルムを用いる方法では、熱線反射膜の作製に真空蒸着法やスパッタリング法を用いるため、生産性に劣り、コスト高となるという問題点があり、しかも、ポリビニルブチラル樹脂のみを用いる従来の合わせガラスの製造方法を変更しなければならないといった問題点も生じる。

【0006】 本発明は、このような問題点に鑑みてなされたもので、従来の合わせガラスの製造工程を何ら変更することなく作ることができ、可視光透過率を低下させずに熱線を効果的に遮蔽する合わせガラスを提供しようとするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、前記問題点に鑑み鋭意研究を行ったところ、合わせガラスに用いる軟質樹脂層中に、可視光線は吸収せず熱線を吸収する微粒子を均一に分散することにより、従来の合わせガラスの製造工程を何ら変更せず、可視光線透過率を低下させずに熱線を効果的に吸収する合わせガラスができることを見だし、本発明に至った。

【0008】 すなわち、本発明における請求項 1 記載の合わせガラスは、一對のガラスと該ガラスの間に設けた軟質樹脂層とからなる合わせガラスにおいて、該軟質樹脂層は熱線遮蔽性金属酸化物を含有していることを特徴とする。

【0009】 そして、請求項 2 記載の合わせガラスは、前記熱線遮蔽性金属酸化物が粒径 0.1 μm 以下の酸化スズまたは酸化インジウムのいずれかであることを特徴とすることが望ましい。

【0010】 そして、請求項 3 記載の合わせガラスは、前記熱線遮蔽性金属酸化物が 0.4 g/m^2 以上となるように配合することが好ましい。

【0011】 【発明の具体的説明】 以下、本発明を更に詳しく説明する。本発明は、合わせガラスの中間膜を構成する軟質樹脂中に熱線遮蔽性金属酸化物を均一に分散することにより達成される。

【0012】 本発明において使用される熱線遮蔽性金属酸化物は、可視光の吸収が極力小さく、通常、熱線と見做されている 780~2500 nm の吸収が大きいものである、いずれも採用可能である。このようなものとして SnO_2 、 In_2O_3 、 CdO 、 Cd_2SnO_4 、 FeO 、 Fe_3O_4 、 ZnO 、 VO_2 、 V_2O_5 等の透明導電性酸化物を挙げることができる。

【0013】 特に本発明においては、粒径が 0.1 μm 以下の SnO_2 または In_2O_3 が好適である。粒径を 0.1 μm とする理由としては、0.1 μm を超えた場合、可視光の散乱、吸収が大きくなり、透明性が得られなくなるからである。粒子による光の散乱は、粒径が波

長の $1/2$ の大きさの場合に最大となり、それより小さい範囲においては粒径の6乗に比例することが知られている。

【0014】本発明者らは、粒径の異なった金属酸化物を分散し、その分散粒径と可視光の透明性を調べたところ、分散粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以下であれば、実質的に透明となることを見出し、本結論に至った。さらに、粒径は小さいほど好ましく、より好ましくは $0.05\mu\text{m}$ 以下である。上記の理由により、本発明に用いる SnO_2 または In_2O_3 は、粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.05\mu\text{m}$ 以下であれば、特に制限はない。

【0015】そして、 SnO_2 の製造方法としては、特開平2-105875号公報中に記載の方法を挙げることができる。熱線遮蔽性能を向上させる目的で異種元素をドーピングすることは差し支えない。ドーパントとしては、 Sb 、 P 、 Te 、 W 、 Cl 、 F が適している。

【0016】また、 In_2O_3 の製造方法としては、塩化インジウム、硝酸インジウム、硫酸インジウム等のインジウム塩の水溶液を NaOH 、 NH_4OH 等のアルカリで中和してできた析出物を濾過洗浄し、さらに還元雰囲気で焼成する方法を例示することができる。熱線遮蔽性能を向上させる目的で異種元素をドーピングすることは差し支えない。ドーパントとしては、 Sn 、 Mo 、 Zr 、 Ti 、 Sb 、 W 、 F が適している。

【0017】本発明の合わせガラスに用いる軟質樹脂としては、もっぱらポリビニルブチラル樹脂が多用されるが、他の樹脂であっても差し支えない。例えば、2枚のガラス板の間に液状の樹脂を注入硬化させた、いわゆる注入タイプの合わせガラスにおいては、液状樹脂に熱線遮蔽性金属酸化物を分散させることができる。

【0018】すなわち本発明は、2枚のガラス板をポリビニルブチラル樹脂フィルムで張り合わせた合わせガラス、ポリビニルブチラル樹脂の溶液を片方のガラスに塗布して成膜した後さらにもう一方のガラスを接着した合わせガラス、2枚のガラス間にアクリル等の液状樹脂を注入し硬化させて作る合わせガラス等に用いることができる。

【0019】熱線遮蔽性金属酸化物を軟質樹脂に分散する方法としては、従来の分散方法を採用することができる。すなわち、ボールミル、サンドミル、アトライター等の分散装置を用いることが可能である。このとき、軟質樹脂の性能に悪影響を与えない界面活性剤、高分子化合物等の分散剤を用いることが望ましい。また、軟質樹脂に溶剤、可塑剤、安定剤、着色剤等の添加剤を用いる場合は、予め添加剤に分散し、後に樹脂と混合することも可能である。この方法は、常温で固体の樹脂や、液状であるが粘度が高く分散に大きなエネルギーが必要な場合特に有効である。

【0020】例えば、ポリビニルブチラル樹脂に熱線遮蔽性金属酸化物を分散させる方法としては、まず、ジ

オクチルフタレート、トリブチルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、セバシン酸ジブチル等の可塑剤に分散し、これを従来のポリビニルブチラル樹脂の成形方法に従いフィルムとする方法を採用することができる。

【0021】このとき可塑剤にたいする熱線遮蔽性金属酸化物の配合比率としては、 $10\sim 400\%$ とすることが望ましく、また、ポリビニルブチラル樹脂中の濃度としては、遮蔽性能により $0.4\text{g}/\text{m}^2$ 以上となるように配合することが望ましい。その理由は、 $0.4\text{g}/\text{m}^2$ に満たないと、日射透過率と可視光透過率の差が 5% 未満となり、遮蔽効果が小さいからである。また、ポリビニルブチラル樹脂を溶剤で溶解して液状とする場合は、およびアクリル樹脂等の液状の注入用樹脂の場合は、直接分散する方法をとることができる。

【0022】熱線遮蔽性金属酸化物を分散した軟質樹脂のフィルムまたは溶液より合わせガラスを作る方法としては、従来の合わせガラスの製造方法をそのまま採用することが可能である。例えば、ポリビニルブチラルフィルムを用いるものでは、2枚のガラス板の間にポリビニルブチラルフィルムを挟み込み、ガラス温度 $80\sim 100^\circ\text{C}$ 、減圧度 650mmHg 以上で予備接着し、次いで、温度 $120\sim 150^\circ\text{C}$ 、圧力 $10\sim 15\text{kg}/\text{cm}^2$ のオートクレーブ中で $20\sim 40$ 分間の本接着を行うことにより、合わせガラスとすることができる。

【0023】本発明の合わせガラスに用いるガラス素材としては、通常、建築用または乗物等に用いるものであれば、いずれも使用可能で、普通板硝子、フロートガラス、熱線吸収ガラス等を用いることができる。本発明の合わせガラスにおいては、特に熱線吸収ガラスが好適で、近赤外全波長域にわたって、高い遮蔽性能を得ることができる。

【0024】

【実施例】次に本発明を実施例にてさらに詳しく説明する。

(実施例1)

【 SnO_2 の作製】 46.2 重量部の SbCl_3 と 670 重量部の $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ を、 3000 重量部の 6N-HCl 溶液に溶解し、これに 25% のアンモニア液 2000 重量部を添加して反応させ、ゾル状分散液を得、これを塩化アンモニウムが検出できなくなるまで濾過洗浄した。

【0025】次いで、これを密閉容器で 350°C に加熱し、 5 時間保持した後、冷却過程で水蒸気を放出し、固形分 25 重量%まで濃縮し、平均粒径 50\AA のアンチモン含有酸化スズ（以下、 ATO と略記する）分散液を得た。この分散液 400 重量部にオクタデシルアミンを 10 重量部添加し、凝集沈殿物を得た。この凝集物を濾過により取り出し、 100°C にて 2 時間乾燥し ATO 粉末を得た。

【0026】〔分散液の作製〕前記ATO粉末36.3重量部とトルエン73.7重量部とを混合し、超音波分散機により5分間分散した。この分散液にアニオン系界面活性剤の10%トルエン溶液を3重量部添加して良く混合し、さらにジオクチルフタレート114重量部混合した。この混合液を95℃で15分間減圧蒸留し、トルエンを除去した。この液はジオクチルフタレートにATOが20%均一に分散した液である。

【0027】〔中間膜および合わせガラスの作製〕ポリビニルブチラール樹脂100重量部に対し、上記分散液を5重量部、さらにジオクチルフタレートを35重量部、および、紫外線吸収剤（チバガイギー社製、商品名：チヌビンP）0.15重量部を混合して十分練り合わせ、これを押出し成形することにより、ATO含有量約8.4g/m²、厚さ0.76mmのポリビニルブチラールのフィルムを作製した。次いで、得られたフィルムを3mmの板ガラスで挟み、ガラス温度70℃、圧力5kg/cm²で接着し、さらに温度135℃、圧力12kg/cm²のオートクレープでプレスし、合わせガラスを作製した。この合わせガラスの可視光透過率は73.9%、日射透過率は57.0%である。作製した合わせガラスの光学特性を、従来の合わせガラス（3mmフロートガラス+0.76mmポリビニルブチラール+3mmフロートガラス）の光学特性とともに図1に示す。図中に示すように、透過率が従来の合わせガラスが100%であったものが、大幅に減少し、約900nm以上で従来の1/2以下になり、約1100nm以上で従来の1/3以下になった。

【0028】（実施例2）

〔In₂O₃の作製〕塩化インジウム154.5重量部、塩化第二スズ5.2重量部を純水2000重量部に溶解して均一溶液とし、これに、アンモニア水をpHが12になるまで加え、白色の沈殿物を生成させ、塩化アンモニウムが検出できなくなるまで濾過し洗浄した。

【0029】洗浄剤の沈殿物に固形分5重量%となるように純水を加えてスラリー状とし、スプレードライヤーで乾燥して、白色粉末とした。得られた白色粉末を大気中450℃で5分間、さらにN₂とH₂の混合ガス中で275℃、40分間焼成した。得られた粉末は、粒径が0.03μmで酸化スズが3重量%固溶した酸化インジウム（以下、ITO）である。

【0030】〔可塑剤への分解〕前記ITO粉末を30重量部、ジオクチルフタレートを70重量部、アニオン系界面活性剤を3重量部混合し、サンドグラインダーにより3時間分散した。

【0031】〔樹脂への練り込み〕ポリビニルブチラール樹脂100重量部に対し、上記分散液を2重量部、さらにジオクチルフタレートを38重量部、および紫外線吸収剤（チバガイギー社製、商品名：チヌビンP）0.15重量部を混合して十分練り合わせ、これを押出し成形することにより、ITO含有量約5.0g/m²、厚さ0.76mmのポリビニルブチラールのフィルムを作製した。こうして得られたフィルムを3mmの板ガラスで挟み、ガラス温度70℃、圧力5kg/cm²で接着し、さらに温度135℃、圧力12kg/cm²のオートクレープでプレスし、合わせガラスを作製した。この合わせガラスの可視光透過率は84.6%、日射透過率は65.2%である。作製した合わせガラスの光学特性を図1に示す。図中に示すように、透過率が約1050nm以上で従来の1/2以下となり、1500nm以上では実質的に0%となった。

【0032】（実施例3）この実施例2において、一対のガラスのうち1枚を熱線吸収ガラスにした場合を、実施例2と同様の製造過程により作製した。この合わせガラスの可視光透過率は77.5%、日射透過率65.2%である。この場合における合わせガラスの光学特性を図1に示す。図中に示すように、透過率が約850nm以上で従来の1/2以下となり、900nm~1400nmでは従来の1/3以下に減少し、1400nm以上では実質的に0%となった。

【0033】

〔発明の効果〕従って、本発明における請求項1記載の合わせガラスでは、一対のガラスと該ガラスの間に設けた軟質樹脂層が熱線遮蔽性金属酸化物を含有しているため、従来の合わせガラスの製造方法を何ら変更、付加することなく、低コストで熱線遮蔽性を有する合わせガラスを実現することができる。

【0034】そしてまた、請求項2記載の合わせガラスでは、前記熱線遮蔽性金属酸化物が粒径0.1μm以下の酸化スズまたは酸化インジウムのいずれかであるため、可視光の吸収が極力少なく、かつ熱線遮蔽性が良い合わせガラスを実現できる。

【0035】そしてまた、請求項3記載の合わせガラスでは、前記熱線遮蔽性金属酸化物の配合比として0.4g/m²以上となるように配合したため、可視光線透過率と日射透過率の差が5%以上にすることができる。

〔図面の簡単な説明〕

〔図1〕本発明の合わせガラスの光学特性を示すグラフである。

【図1】

